МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 12014-4— 2015

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение содержания нитрата и/или нитрита

Часть 4

Определение содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах методом ионной хроматографии

(EN 12014-4:2005, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2015 г. № 1011-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 12014-4—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 12014-4:2005 Foodstuffs — Determination of nitrate and/or nitrite content — Part 4: Ion-exchange chromatographic (IC) method for the determination of nitrate and nitrite content of meat products (Продукты пищевые. Определение содержания нитрата и/или нитрита. Часть 4. Определение содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах методом ионной хроматографии).

Международный стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», секретариатом которого считается DIN (Германия).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейского регионального стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 2
5 Приборы и оборудование 3
6 Процедура проведения испытания 3
7 Прецизионность 5
Приложение А (справочное) Пример хроматограммы, полученной при испытании соленой говядины (проба, использованная при проведении межлабораторных испытаний) 7
Приложение В (справочное) Данные по прецизионности методики 8
Приложение С (справочное) Сведения о возможности расширения области применения настоящего стандарта 10
Библиография 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам 12

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение содержания нитрата и/или нитрита

Часть 4

Определение содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах методом ионной хроматографии

Foodstuffs. Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 4.
Determination of nitrate and nitrite content in meat products by ion-exchange chromatographic method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения нитрата и нитрита в мясных продуктах с помощью ионной хроматографии (ИХ). Метод прошел валидацию на различных видах мясных продуктов с содержанием (массовой долей) нитрата в диапазоне от 50 до 300 мг/кг (млн$^{-1}$) и с содержанием (массовой долей) нитрита приблизительно 40 мг/кг (млн$^{-1}$).

Примечание — В результате валидационных испытаний установлено, что приведенный в настоящем стандарте метод применим также для определения нитрата в овощах и детском питании (см. [1] и [2]). Кроме того, метод применим для определения нитрита в мясных продуктах с содержанием (массовой долей) нитрита более 40 мг/кг (млн$^{-1}$).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированной ссылки применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (ISO 3696:1987) (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании нитрата и нитрита из пробы горячей водой, очистке экстракта от мешающих компонентов пробы путем разбавления экстракта ацетонитрилом и последующем определении нитрата и нитрита методом ИХ с применением спектрофотометрического детектирования при длине волны 205 нм.

Издание официальное

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Для проведения анализа при отсутствии особо оговоренных условий используют только реактивы гарантированной аналитической чистоты и воду не ниже третьей степени чистоты по EN ISO 3696. При приготовлении растворов следует принимать во внимание массовую долю основного вещества в реактиве.

4.2 Ацетонитрил.

4.3 Глицерин.

4.4 Лития гидроксид безводный или моногидрат.

4.5 Кислота борная массовой долей 99 %.

4.6 Кислота соляная, раствор молярной концентрации *c*(HCl) = 1,8 моль/дм^3

Раствор готовят разбавлением водой 15 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью ρ_{20}(HCl) = 1,18 г/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

4.7 Кислота соляная, раствор молярной концентрации *c*(HCl) = 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят разбавлением водой 5 см^3 раствора соляной кислоты по 4.6 в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

4.8 Основной раствор нитрата и нитрита

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 1,500 г нитрита натрия и 3,258 г нитрата калия. Содержимое колбы растворяют в воде, объем полученного раствора доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок годности раствора — 2 недели при температуре хранения 4 °С.

При приготовлении раствора следует иметь в виду, что нитрит натрия гигроскопичен.

4.9 Градуировочные растворы нитрата и нитрита

Готовят шесть градуировочных растворов, для чего в мерные колбы вместимостью 200 см^3 вносят 0; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см^3 основного раствора нитрата и нитрита по 4.8, объем содержимого в колбах доводят до метки водой и перемешивают. Массовая концентрация нитрита в полученных градуировочных растворах составляет 0; 0,5; 2,5; 5,0; 7,5 и 10 мг/дм^3 соответственно. Массовая концентрация нитрата в полученных градуировочных растворах составляет 0; 1; 5; 10; 15 и 20 мг/дм^3 соответственно. Рекомендуется готовить градуировочные растворы в день использования.

4.10 Раствор глюконовой кислоты (по желанию пользователя настоящего стандарта раствор очищают с использованием колонки для твердофазной экстракции по 5.9)

Глюконовую кислоту массой 50 г растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем раствора в колбе доводят водой до метки.

Примечание — В некоторых случаях глюконовая кислота имеет темно-коричневую окраску. В таких случаях рекомендуется очистить реактив до слабо-желтой окраски. Обычно очистку проводят с использованием двух картриджей для твердофазной экстракции, предварительно активированных метанолом.

4.11 Буферный раствор на основе бората и глюконата лития

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500 см^3 воды, 34,00 г борной кислоты по 4.5, 19,6 см^3 раствора глюконовой кислоты по 4.10 и 11,00 г безводного гидроксида лития или 19,26 г моногидрата гидроксида лития по 4.4. Содержимое колбы перемешивают до полного растворения компонентов, после чего в колбу добавляют 125 см^3 глицерина по 4.3, объем полученного раствора доводят до метки водой, содержимое колбы тщательно перемешивают. Раствор годен для использования в течение 6 мес при температуре хранения 4 °С.

4.12 Подвижная фаза для ИХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 500 см^3 воды, 17 см^3 буферного раствора по 4.11 и 125 см^3 ацетонитрила по 4.2. Объем содержимого колбы доводят водой до метки, содержимое перемешивают.

Значение pH полученного раствора доводят до 6,5 ± 0,1 добавлением растворов соляной кислоты по 4.6 и 4.7. Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр диаметром пор примерно 0,22 мкм по 5.6. Приготовленная подвижная фаза годна для использования в течение не более одной недели. Ежедневно перед использованием проверяют значение pH подвижной фазы. Ппри выходе pH за границы указанного диапазона готовят новую подвижную фазу.

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

При проведении испытания используют обычные лабораторные приборы и оборудование, в частности, перечисленные ниже.

5.2 Оборудование для гомогенизации проб, такое как измельчитель механический или электрический, обеспечивающий получение гомогенных проб, снабженный высокоскоростным режущим устройством, или мясорубка с решеткой с отверстиями диаметром не более 4,5 мм, а также гомогенизатор.

5.3 Мешалка магнитная.

5.4 Фильтры бумажные складчатые, не содержащие нитратов и нитритов

При выборе подходящих фильтров следует иметь в виду, что фильтровальная бумага некоторых типов способна адсорбировать нитраты и нитриты.

5.5 Фильтры мембранные для водных и ацетонитрильных растворов диаметром пор примерно 0,45 мкм.

5.6 Фильтры мембранные для водных и ацетонитрильных растворов диаметром пор примерно 0,22 мкм.

5.7 Держатель для мембранных фильтров с подходящим шприцем.

5.8 pH-метр.

5.9 Колонки для твердофазной экстракции, заполненные обращенно-фазовым сорбентом типа RP C_{18} в комплекте с подходящими шприцами (используют по желанию пользователя настоящего стандарта).

5.10 Оборудование для ионной хроматографии

5.10.1 Система для высокоэффективной жидкостной хроматографии, состоящая из изократического насоса высокого давления, спектрофотометрического детектора, пригодного для измерений при длине волны 205 нм, и системы обработки данных, например интегратора с устройством записи хроматограмм.

5.10.2 Колонка аналитическая длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная анионообменной полиметакрилатной смолой с привитыми четвертичными аммонийными функциональными группами с размером частиц 10 мкм сорбционной емкостью (30 ± 3) мкэкв/см^3, снабженная защитной колонкой длиной, например, 20 мм, заполненной тем же сорбентом.

6 Процедура проведения испытания

6.1 Подготовка пробы

Пробу гомогенизируют с помощью подходящего оборудования по 5.2, не допуская при этом повышения температуры пробы выше 25 °С. При использовании мясорубки пробу пропускают через нее не менее двух раз. Из подготовленной таким образом пробы отбирают пробу для анализа массой 10 г, взвешенной с погрешностью ± 0,01 г, и помещают ее в коническую колбу с широким горлом.

6.2 Приготовление и очистка экстракта из пробы

Испытание следует проводить за один рабочий день.

В колбу с пробой для анализа вносят 50 см^3 воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают с помощью гомогенизатора. Диспергирующий элемент гомогенизатора ополаскивают водой, смыв переносят в колбу с пробой для анализа. Полученную суспензию количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, при этом ополаскивают водой колбу

из-под пробы для анализа. В мерную колбу добавляют 50 см^3 ацетонитрила по 4.2, содержимое колбы аккуратно перемешивают. После охлаждения до комнатной температуры объем содержимого мерной колбы доводят водой до метки.

Содержимое колбы фильтруют сначала через складчатый бумажный фильтр по 5.4, затем через мембранный фильтр диаметром пор примерно 0,45 мкм по 5.5. Если фильтрат прозрачен, полученный раствор используют для хроматографического анализа. Если фильтрат мутный, его подвергают дополнительной фильтрации через мембранный фильтр диаметром пор примерно 0,22 мкм по 5.6. Полученный раствор используют для хроматографического анализа.

Аналогичным образом готовят холостой раствор, используя вместо пробы для анализа 10 см^3 воды.

6.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика проводят хроматографический анализ при условиях, описанных в 6.4.1, сначала градуировочных растворов по 4.9, затем холостого раствора, приготовленного по 6.2, при одинаковых объемах инжекции. Градуировочный график проверяют на соответствие требованиям линейности.

6.4 Количественное определение

6.4.1 Условия хроматографического анализа методом ИХ

При использовании аналитической колонки по 5.10.2 применяют следующие условия хроматографического анализа:

состав подвижной фазы — по 4.12;

рабочая длина волны спектрофотометрического детектора — 205 нм;

объем инжекции анализируемых растворов — не менее 40 мм^3;

скорость подачи подвижной фазы — 1 см^3/мин.

При использовании других колонок, отличных от указанной в 5.10.2, проводят корректировку условий хроматографического анализа.

6.4.2 Проведение измерений методом ИХ

Проводят хроматографический анализ градуировочных растворов по 4.9, затем холостого раствора и раствора пробы при условиях, указанных в 6.4.1. При серийных испытаниях после каждых пяти анализов растворов проб проводят анализ одного из градуировочных растворов.

Пики нитрата и нитрита на хроматограмме раствора пробы, приготовленного по 6.2, идентифицируют по совпадению их времени удерживания с временем удерживания пиков нитрата и нитрита на хроматограмме градуировочного раствора по 4.9. Массовую концентрацию нитрата и нитрита в растворе пробы определяют по градуировочному графику. Для проверки отсутствия контаминации раствора пробы нитратом или нитритом при подготовке пробы проводят анализ холостого раствора.

Если значение пика нитрата или нитрита на хроматограмме раствора пробы превышает верхнюю границу диапазона градуировки, раствор пробы разбавляют подвижной фазой для ИХ и проводят его повторный хроматографический анализ.

6.5 Обработка результатов

Содержание (массовую долю) нитрита в пробе $w_{NO_2^-}$, мг/кг (млн$^{-1}$), рассчитывают по формуле

$$w_{NO_2^-} = \frac{200\, A_{NO_2^-}}{m} F, \qquad (1)$$

где 200 — объем, до которого разбавлена проба для анализа (см. 6.2), см^3;

$A_{NO_2^-}$ — массовая концентрация нитрита в растворе пробы для анализа, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

m — масса пробы для анализа, г;

F — коэффициент кратности разбавления раствора пробы.

Результат испытания округляют до целого значения.

Содержание (массовую долю) нитрата в пробе $w_{NO_3^-}$, мг/кг (млн$^{-1}$), рассчитывают по формуле

$$w_{NO_{3^-}} = \frac{200\, A_{NO_{3^-}}}{m} F, \quad (2)$$

где $A_{NO_{3^-}}$ — массовая концентрация нитрита в растворе пробы для анализа, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

200, m и F — см. пояснения к формуле (1).

Результат испытания округляют до целого значения.

7 Прецизионность

7.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности методики приведены в приложении В. Значения метрологических характеристик, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть неприменимы к другим содержаниям аналита и другим типам матриц, чем те, что указаны в приложении В.

7.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r более чем в 5 % случаев.

Пределы повторяемости по нитрату равны следующим значениям:

- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 60,8 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 6,0 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 290 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 25,0 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 148 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 11,6 мг/кг (млн$^{-1}$).

Пределы повторяемости по нитриту равны следующим значениям:

- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 38,9 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 4,4 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 161 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 17,2 мг/кг (млн$^{-1}$).

7.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости R более чем в 5 % случаев.

Пределы воспроизводимости по нитрату равны следующим значениям:

- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 60,8 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 27,7 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 290 мг/кг (млн$^{-1}$)R = 26,6 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 35 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 15,7 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 148 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 37,5 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для салями при $\bar{x}$ = 107 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 37,2 мг/кг (млн$^{-1}$).

Пределы воспроизводимости по нитриту равны следующим значениям:

- для соленой говядины при $\bar{x}$ = 38,9 мг/кг (млн^{v1}) R = 10,3 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 47 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 11,5 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для колбасы при $\bar{x}$ = 161 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 31,2 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для салями при $\bar{x}$ = 52 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 13,2 мг/кг (млн$^{-1}$).

7.4 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

b) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) результаты испытания с указанием единиц измерения;

d) дату и способ отбора пробы (если известен);

e) дату поступления пробы в лабораторию;

f) дату проведения испытания;

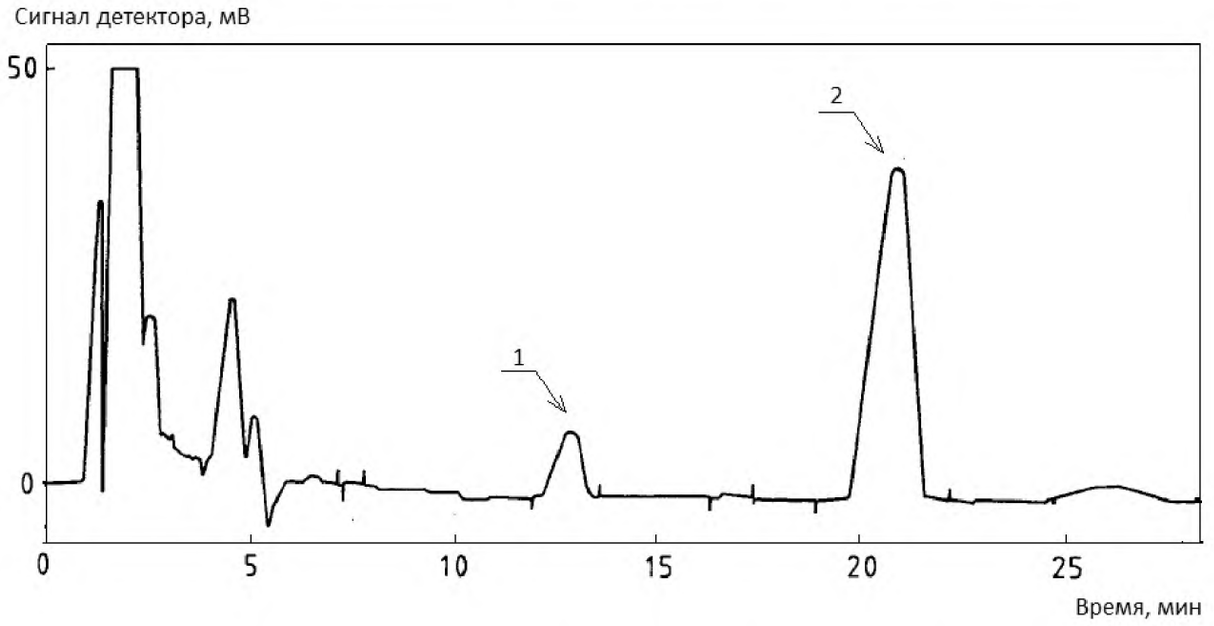
g) сведения о том, была ли проведена оценка повторяемости;

h) все особенности, наблюдавшиеся при проведении испытания;

i) все операции, не оговоренные в методике или рассматриваемые как необязательные, которые могли повлиять на результат испытания.

Приложение А
(справочное)

Пример хроматограммы, полученной при испытании соленой говядины (проба, использованная при проведении межлабораторных испытаний)



1 — пик нитрита (время удерживания — 12,63 мин), соответствующий его содержанию в пробе 38,9 мг/кг (млн$^{-1}$);
2 — пик нитрата (время удерживания — 20,73 мин), соответствующий его содержанию в пробе 289,6 мг/кг (млн$^{-1}$)

Рисунок А.1 — Хроматограмма экстракта из соленой говядины (проба, использованная при проведении межлабораторных испытаний)

Приложение В
(справочное)

Данные по прецизионности методики

Приведенные в таблице В.1 данные по прецизионности методики получены в результате межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии со стандартом [3]. Испытания проведены под руководством Центра технологии колбасных продуктов и мясных консервов (CTSCCV), Франция [2].

Таблица В.1 — Данные по прецизионности методики

Наименование показателя	Соленая говядина I		Соленая говядина II	
	NO_2^-	NO_3^-	NO_2^-	NO_3^-
Год проведения испытаний	1994	1994	1994	1994
Количество лабораторий-участников	16	16	16	16
Количество проб	1	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	14	13	14	13
Количество выбросов (лабораторий)	2	3	2	3
Число принятых результатов	42	39	42	39
Среднее значение $\bar{x}$	7	60,8	38,9	290
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	1,2	2,1	1,5	8,6
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	17,0	3,5	4,0	3,1
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	3,3	6,0	4,4	25,0
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг (млн$^{-1}$)	2,3	9,8	3,7	9,4
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	32,9	16,1	9,4	3,3
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	6,5	27,7	10,3	26,6
Индекс Горвица	2,8*	1,8	1,0	0,5
* Исходя из индекса Горвица, данные по прецизионности, полученные для низких содержаний нитрита, признаны неприемлемыми и приведены только в качестве информационных данных.				

Метод также прошел валидацию путем межлабораторных испытаний, проведенных Национальной администрацией пищевых продуктов Швеции в 1988 г. [5].

В таблице В.2 приведены результаты первого раунда межлабораторных испытаний, проведенных под руководством NMKL, выполненных в 13 лабораториях стран Европейского сообщества.

Таблица В.2 — Результаты первого раунда межлабораторных испытаний, выполненных под руководством NMKL

Наименование показателя	NO_2^-		NO_3^-	
	Колбасное изделие	Колбасное изделие	Колбасное изделие	Колбасное изделие
Число принятых результатов	11	11	9	10
Количество выбросов	0	1	2	1
Среднее значение $\bar{X}$, мг/кг (млн$^{-1}$)	47	161	35	148
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг(млн$^{-1}$)	—	6,1	—	4,2
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	—	3,8	—	2,8
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	—	17,2	—	11,6
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг (млн$^{-1}$)	4,1	11,2	5,6	13,4
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	8,7	6,9	15,9	9,0
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	11,5	31,2	15,7	37,5
Индекс Горвица	1,0	0,9	1,7	1,2

В таблице В.3 приведены результаты второго раунда межлабораторных испытаний, проведенных под руководством NMKL, выполненных в 15 лабораториях стран Европейского сообщества.

Таблица В.3 — Результаты второго раунда межлабораторных испытаний, выполненных под руководством NMKL

Наименование показателя	NO_2^-			NO_3^-		
	Салями	Салями	Паштет	Салями	Салями	Паштет
Число принятых результатов	11	13	14	13	15	15
Количество выбросов	4	2	1	2	0	0
Среднее значение $\bar{X}$, мг/кг(млн$^{-1}$)	8,5	52	65	66	107	115
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	2,0	—	—	8,3	—	—
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	23,2	—	—	12,4	—	—
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	5,5	—	—	23,1	—	—
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг (млн$^{-1}$)	2,7	4,7	11,0	12,9	13,3	21,1
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	31,5	8,9	17,1	19,4	12,4	18,4
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	7,5	13,2	30,8	36,1	37,2	59,1
Индекс Горвица	2,7*	1,0	2,0	2,3*	1,6	2,4*
* Исходя из индекса Горвица, данные по прецизионности, полученные для низких содержаний нитрита, признаны неприемлемыми и приведены только в качестве информационных данных.						

Приложение С
(справочное)

Сведения о возможности расширения области применения настоящего стандарта

С.1 Общие положения

Установлено, что приведенный в настоящем стандарте метод применим также для определения нитрата в матрицах, отличных от мясных продуктов. Для этого подготовка проб к хроматографическому анализу должна быть изменена, как описано ниже.

С.2 Овощи и продукты для детского питания

К пробе для анализа, помещенной в широкогорлую колбу, добавляют 50 см^3 воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С. Смесь перемешивают с помощью магнитной мешалки по 5.3 настоящего стандарта в течение 10 мин.

В полученную смесь добавляют 50 см^3 ацетонитрила по 4.2, содержимое колбы перемешивают и выдерживают 10 мин, после чего количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, при этом широкогорлую колбу, где находилась проба, ополаскивают водой. Объем содержимого в мерной колбе доводят водой до метки.

Содержимое колбы фильтруют сначала через складчатый бумажный фильтр, затем через мембранный фильтр диаметром пор 0,45 мкм. Если фильтрат прозрачен, полученный раствор используют для хроматографического анализа. Если фильтрат мутный, его подвергают дополнительной фильтрации через мембранный фильтр диаметром пор примерно 0,22 мкм по 5.6. Полученный раствор используют для хроматографического анализа.

Аналогичным образом готовят холостой раствор, используя вместо пробы для анализа 10 см^3 воды.

С.3 Прецизионность

С.3.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний для других типов матриц приведены в таблицах С.1 и С.2. Значения метрологических характеристик, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть неприменимы к другим содержаниям аналита и другим типам матриц, чем те, что указаны в таблицах С.1 и С.2.

С.3.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r более чем в 5 % случаев.

Пределы повторяемости по нитрату равны следующим значениям:

- для шпината при $\bar{x}$ = 1347 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 55,6 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для моркови при $\bar{x}$ = 63,3 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 12,1 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для детского питания при $\bar{x}$ = 83,2 мг/кг (млн$^{-1}$) r = 7,0 мг/кг (млн$^{-1}$).

С.3.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости R более чем в 5 % случаев.

Пределы воспроизводимости по нитрату равны следующим значениям:

- для шпината при $\bar{x}$ = 1347 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 196,9 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для моркови при $\bar{x}$ = 63,3 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 27,3 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для детского питания при $\bar{x}$ = 83,2 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 16,7 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для капусты при $\bar{x}$ = 301 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 59,6 мг/кг(млн$^{-1}$);
- для детского питания при $\bar{x}$ = 68 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 23,0 мг/кг (млн$^{-1}$).
- для салата-латука при $\bar{x}$ = 2233 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 350 мг/кг (млн$^{-1}$);
- для сыра при $\bar{x}$ = 133 мг/кг (млн$^{-1}$) R = 54,6 мг/кг (млн$^{-1}$).

С.3.4 Данные по прецизионности методики для иных типов матриц, отличных от указанных в основной части стандарта

Приведенные в таблице С.1 данные по прецизионности методики получены в результате межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии со стандартом [3]. Испытания проведены под руководством Центра технологии колбасных продуктов и мясных консервов (CTSCCV), Франция [2].

Таблица С.1 — Данные по прецизионности методики, полученные CTSCCV

Наименование показателя	NO_3^-		
	Шпинат	Морковь	Детское питание
Год проведения испытаний	1994	1994	1994
Количество лабораторий-участников	17	17	17
Количество проб	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	15	15	14
Количество выбросов (лабораторий)	2	2	3
Число принятых результатов	45	44	70
Среднее значение $\bar{x}$	1347	63,3	83,2
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	19,6	4,3	2,5
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,5	6,7	3,0
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	55,6	12,1	7,0
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг (млн$^{-1}$)	69,6	9,6	5,9
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	5,2	15,2	7,1
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	196,9	27,3	16,7
Индекс Горвица	1,0	1,8	0,9

Метод также прошел валидацию путем межлабораторных испытаний, проведенных Национальной администрацией пищевых продуктов Швеции в 1988 г. [5], результаты которой приведены в таблице С.2.

Таблица С.2 — Данные по прецизионности методики, полученные NMKL

Наименование показателя	NO_2^-	NO_3^-			
	Детское питание	Детское питание	Капуста	Сыр	Салат-латук
Год проведения испытаний	1998	1998	1998	1998	1998
Число лабораторий	13	13	13	15	15
Число принятых результатов	11	10	11	13	12
Количество выбросов	2	3	2	2	3
Среднее значение $\bar{x}$, мг/кг (млн$^{-1}$)	58	68	301	133	2233
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	—	—	—	—	—
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	—	—	—	—	—
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	—	—	—	—	—
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг (млн$^{-1}$)	5,0	8,2	21,3	19,5	125
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	8,6	12,2	7,1	14,7	5,6
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	14,0	23,0	59,6	54,6	350
Индекс Горвица	1,0	1,4	1,0	1,9	1,1

Библиография

[1] Buletin de liaison du Centre Technique de la Charcuterie et des Conserves de Viandes, CTSCCv 7, Avenue du General de Gaulle, F-94700 Maisons Alfort, Vol. 5, No 1, 1995

[2] Congres Sep 95 chromatographies et techniques apparentees, Poster A 90, available from Euradif-B.P.11-38243 Meylan Cedex, France

[3] ISO 5725 (все части), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

[4] Horwitz W.: International coordination and validation of analytical methods: In Food Additives Contaminants, 1883, Vol. 10, No 1, 61—69

[5] Merino et al.: Liquid chromatographic determination of residual nitrite/nitrate in foods: NMKL collaborative study. In: Journal of AOAC, International, 2000, Vol. 83, No 2, 365—375

[6] EN 12014-1 Foodstuffs — Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 1. General considerations

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального стандарта. Перевод данного европейского регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 637.5:006.354 МКС 67.120.10 IDT

Ключевые слова: пищевые продукты, мясные продукты, нитрат, нитрит, определение, метод ионной хроматографии, очистка экстракта, спектрофотометрическое детектирование

Редактор *К.В. Дудко*
Корректор *Е.Д. Дульчева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 43 экз. Зак. 3923.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru